#### Atomic Energy Science and Technology

# 具有高激光损伤阈值的光栅分光薄膜

## 李小丽,沈 军,李佛生,周 斌,王 珏

(同济大学 波耳固体物理研究所,上海 200092)

摘要:为惯性约束聚变(ICF)实验中利用光栅分光特性间接探测激光功率研究,制备具有高激光损伤阈值的光栅分光  $ZrO_2$  薄膜。采用水热法制备纳米  $ZrO_2$  溶胶,在  $80 \sim 100$  下,以 20 m/ min 速度涂敷制备出厚  $1 \sim 2$   $\mu$ m、折射率为  $1.57 \sim 1.70$ 、表面粗糙度 2.3 nm、激光损伤阈值为  $25 \sim 30$  J/cm² (1 ns, 1.06  $\mu$ m)的  $ZrO_2$  薄膜。采用  $Ar^+$ 激光器双光束干涉曝光技术制备光栅掩膜板,光栅周期为  $1 \sim 2$   $\mu$ m,深度  $70 \sim 100$  nm。通过电镀工艺将光栅结构转移至镍板上,经连续模压,最终制备出光栅分光  $ZrO_2$  薄膜。分析了光栅周期、模压深度及薄膜折射率等因素对光栅一级衍射效率的影响。制备出的光栅分光  $ZrO_2$  薄膜有望用于高功率激光测量。

关键词:激光损伤阈值;光栅;ZrO2薄膜

中图分类号:0484 文献标识码:A 文章编号:1000-6931(2002)04/05-0331-04

### Surface-reliefed Gratings Film With High Laser Damage Thresholds

LI Xiao-li, SHEN Jun, LI Fursheng, ZHOU Bin, WAN GJue (Pohl Institute of Solid State Physics, Tongji University, Shanghai 200092, China)

Abstract: A kind of surface-reliefed gratings  $ZrO_2$  film with high laser damage thresholds is prepared. The  $ZrO_2$  sol is achieved by hydro-thermal method, the thin  $ZrO_2$  film with the thickness of  $1 \sim 2~\mu m$ , the refractive index of  $1.57 \sim 1.70$ , the roughness of 2.3~nm and the laser damage thresholds of  $25 \sim 30~J/~cm^2$  (1 ns,  $1.06~\mu m$ ) is coated on plastic foil substrate by the speed of 20~m/ min at  $80 \sim 100~$ . The master structure of the gratings is produced by the holographic optical process of two coherent beams from an argon ion laser source interfe-rence. The period of gratings is  $1 \sim 2~\mu m$  and the depth is  $70 \sim 100~nm$ . The patterns on the photoresists are transferred to nickel replicas by electroplating process. Finally, the surface-reliefed gratings are embossed onto the  $ZrO_2$  coated plastic foils using the nickel replicas as stamps. The influences of the period and the depth of the grating, the incident angle and the refractive index of nano-coating to diffraction efficiency are researched. Therefore, this structure provides a feasible approach to detect high-power laser.

**Key words:** laser damage threshold; surface-reliefed grating; ZrO<sub>2</sub> film

收稿日期:2001-08-25;修回日期:2001-10-15

基金项目:国家自然科学基金资助项目(59802007,69978017);上海市启明星计划资助项目(99QE14041)

作者简介:李小丽(1972 --),女,湖北十堰人,在读硕士研究生,材料物理与化学专业

随着惯性约束聚变(ICF)实验装置和激光技术的发展,高功率激光的探测成为一需解决的主要问题。一方面受探测器测量范围的限制,另一方面又需免受高功率激光损伤,为此,在美国 Livermore 实验室的 ICF 装置中应用了BSG(beam-sampling grating)结构,分出一束比例很小的激光束进行测量,从而实现了对高功率激光的测量<sup>[1]</sup>。但提高 BSG 表面的激光损伤阈值仍是需要解决的难题。本工作采用水热法制备表面均匀、激光损伤阈值高的 ZrO<sub>2</sub> 薄膜,并研究利用 Ar<sup>+</sup>激光双光束干涉法制备光栅结构,再将光栅结构模压复制在 ZrO<sub>2</sub> 薄膜上。针对薄膜折射率、光栅周期和模压深度等对分光光束能量的调节进行研究。

#### 1 光栅分光 ZrO<sub>2</sub> 薄膜制备

#### 1.1 ZrO<sub>2</sub> 溶胶及薄膜制备

以分析纯氧氯化锆 (ZrOCl<sub>2</sub>·8H<sub>2</sub>O) 为原料,用水热法制备颗粒度为几至几十纳米的 ZrO<sub>2</sub> 溶胶<sup>[2]</sup>。该工艺简单,性能稳定。采用自行加工设计的大型涂布机将 ZrO<sub>2</sub> 溶胶涂敷在幅宽约 0.6 m的 BOPP 或 PET 薄膜上,膜的厚度受溶胶粘度、涂布机转子速度、处理温度等因素影响。在 80~100 温度下,以 20 m/min速度涂敷,获得了均匀无裂痕的 ZrO<sub>2</sub> 薄膜,膜厚 1~2 μm,折射率为 1.57~1.70。用原子力显微镜 (AFM) 测试了薄膜的表面形貌,其表面粗糙度 (rms) 为 2.3 nm。经测定,薄膜的激光损伤阈值为 25~30 J/cm² (1 ns,1.06 μm)。

#### 1.2 光栅模板制备及图形转移

光栅掩膜版采用 Ar<sup>+</sup>激光器双光束干涉曝光制备。掩膜版面积为 200 cm<sup>2</sup>,光栅周期为 1~2 μm,深度为 70~100 nm。通过电镀工艺将光刻胶上的光栅结构转移到镍板上,镍板经连续模压,最终将图形大面积复制在涂有 ZrO<sub>2</sub> 溶胶的塑料薄膜表面。因受薄膜性质和模压条件限制,薄膜表面光栅的最终深度一般低于模板深度。图 1 为形成光栅微结构后的薄膜表面形貌透射电镜(SEM)照片,光栅周期为 1.07 μm。图 2 为在 0.0~10.0 μm 线度范围内获得的光栅模板深度 AFM 照片。

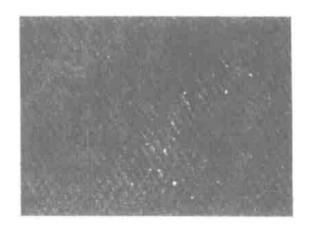


图 1 薄膜表面光栅结构的 SEM 照片 Fig. 1 Microphotograph of ZrO<sub>2</sub> coating with surface-reliefed gratings by SEM

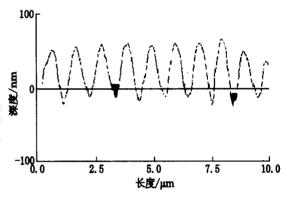


图 2 光栅模板深度的 AFM 照片 Fig. 2 Depth of the grating mode plate by AFM

## 2 光栅一级衍射效率的理论计算

图 3 所示为一典型正弦型浮雕光栅,其光栅方程可写为:

$$z = h_1 \sin(k_s x) \tag{1}$$

$$k_{\rm s} = \frac{2}{} \tag{2}$$

式中:  $k_s$  为正弦光栅的波矢量; s 为光栅周期;  $h_1$  为光栅的正弦幅值,  $2h_1$  即为光栅的刻蚀深度(记为 h)。

光栅上面为空气,其折射率  $n_0 = 1.0$ ;  $n_1$ 为纳米涂层折射率;  $n_2$  为塑料薄膜折射率。

设入射光波长为  $k_i$ ,与 z 轴夹角为  $_i$ ;反射衍射光波长为  $k_r$ ,与 z 轴夹角为  $_r$ ;透射衍射光波长为  $k_t$ ,它与 z 轴夹角为  $_t$ ,则反射光各级衍射效率<sup>[3]</sup>为:

$$_{mr} = \frac{I_{mr}}{I_{i}} = |r_{m}|^{2} J_{m}^{2} (r)$$

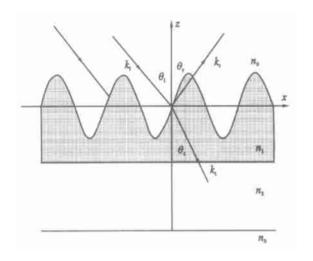


图 3 正弦型浮雕光栅示意图

Fig. 3 Diagram of sine surface reliefed grating

其中:J<sub>m</sub>(<sub>r</sub>) 为贝塞耳函数;| $r_m$ |<sup>2</sup> 为 m 级衍射光的反射率,| $r_m$ |<sup>2</sup> =  $\frac{\tan^2(\frac{r-r}{r-r})}{\tan^2(\frac{r-r}{r+r})}$  +  $\frac{\sin^2(\frac{r-r}{r+r})}{\sin^2(\frac{r-r}{r+r})}$ °

 $|r_m|^2$  表达式中的第 1 项对应入射光电场平行于入射平面,第 2 项对应垂直入射平面的情况。测试光为偏振光时,只选其中一项[3]。

不同光栅参数下,一级衍射效率的计算结果示于图 4~7。

由图 4 可看出:衍射效率随测量波长与光 栅周期比值的增大而提高,但当 / 。 0.5 时,衍射现象不明显。由图 5 可知: h/ 时,衍射效率有最大值。不同入射波长在不同 模压深度处有最大衍射效率。波长为 632.8 nm时,在模压深度 h = 0.3 0.2 µm 处 有最大衍射效率,高于和低于这一深度,衍射效 率剧烈下降。图 6显示:衍射效率随入射角的 变化规律与光栅深度有关,对 632.8 nm 的测 量光波而言,  $h = 0.2 \mu m$  似乎是一界限, 当 h <0.2 µm时, 衍射效率随入射角度增加而下降; 当 h > 0.2 µm时,在入射角为20 附近,衍射效 率则出现一极小值,高于40°后,衍射效率明显 增大。从图 7 可看出:衍射效率随 ZrO2 膜层折 射率的增大呈线性增加。很明显,这是因为膜 层折射率增加提高了膜层表面反射率的缘故。

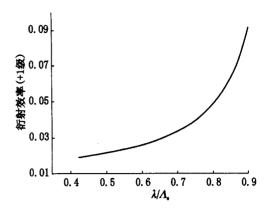


图 4 衍射效率随光栅周期的变化

Fig. 4 Relation of +1 order diffraction efficiency and the grating period

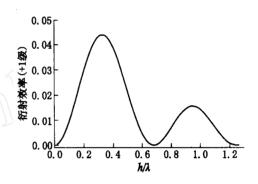


图 5 衍射效率随光栅深度的变化

Fig. 5 Relation of +1 order diffraction efficiency and the grating depth

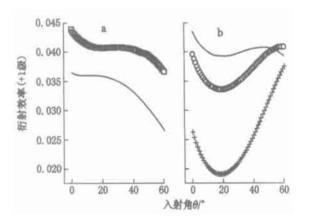


图 6 衍射效率随入射角度的变化

Fig. 6 Relation of +1 order diffraction efficiency and incident angle

a:实线 —— $h = 0.15 \ \mu m$ , —— $h = 0.20 \ \mu m$ ; b:实线 —— $h = 0.22 \ \mu m$ , —— $h = 0.25 \ \mu m$ , + —— $h = 0.30 \ \mu m$ 

原子能科学技术 第36卷

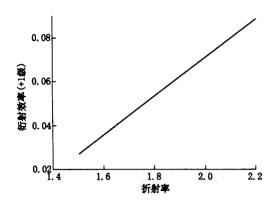


图 7 衍射效率随薄膜折射率的变化
Fig. 7 Relation of +1 order diffraction efficiency
and coating refractive index

#### 3 薄膜衍射效率的实验测量

图 8 为凹槽光栅衍射效率测量系统。

波长为 632.8 nm 的激光通过开有准直孔的屏幕入射到被测样品上,探测器为线性良好的硅光电池,被测薄膜安装在可 360 旋转的样品台上,用分光镜将光分为两束,以控制激光功率飘移,提高实验精度。测量时,将被测样品固定于样品中心底盘的定轴上,调节光栅方向和位置,使它垂直于样品台面,转动样品台,直至观察到衍射光的扫描轨迹平行于水平面为止。开始时,将探测器 2 置于垂直于入射光的方向,记录探测器 1 和 2 的读数,得到分光镜的分光比例;转动探测器于一级衍射斑所在位置,测衍射光强,计算一级衍射效率(一级衍射光强与总光强之比值);转动样品台,改变入射角度,测量不同角度下一级光的衍射效率。

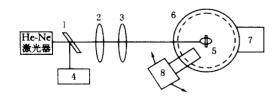


图 8 衍射效率实验测试装置

Fig. 8 Diffraction efficiency measuring device 1 ——分光镜;2,3 ——透镜;4 ——探测器 1; 5 ——样品架;6 ——齿轮盘;7 ——转动手臂;8 ——探测器 2

图 9 为 + 1 级衍射效率随角度变化的理论 计算值与实验测试值的比较。由图可见: + 1

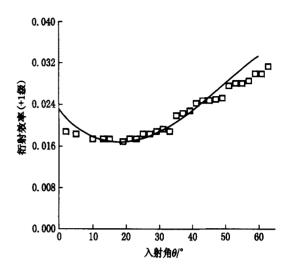


图 9 + 1 级衍射效率的理论计算值与实验值的比较 Fig. 9 Comparison of + 1 order diffraction efficiencies from calculated and measured 实线 ——理论计算值; ——实验测量值

级衍射效率在入射角 20 附近有一最小值;在实验误差范围内,中间段的计算值与实验值符合良好;角度较小时,+1 级衍射光与零级反射光相互靠近,为排除零级衍射光的影响,探测器的测量位置放的较远,致使+1 级衍射效率测量值偏低;角度较大时,衍射光斑大,衍射光接受率降低,导致实验测量值低于理论计算值。

#### 4 结论

在具有高激光损伤阈值的纳米 ZrO<sub>2</sub> 薄膜上模压光栅结构是可行的。改变薄膜折射率、光栅微结构的周期和深度以及入射光的角度,均可实现对衍射光能量的调节。所制备出的薄膜有望应用于高功率激光测量。

#### 参考文献:

- [1] Lawrence Livemore National Laboratory. American ICF Annual Report [R]. Virginia, America: Lawrence Livermore National Laboratory, 1998.
- [2] 沈 军,张勤远,杨天河,等.高折射率光学薄膜的化学法制备研究[J].强激光与粒子束,1999, 11(5):609~612.
- [3] 杨齐民,张文碧,钟丽云,等.浮雕型全息相位光 栅的衍射[J].光子学报,1996,25(11):997~1001.